

3/9/1

DIALOG(R) File 351:Derwent WPI  
(c) 2005 Thomson Derwent. All rts. reserv.

014636813

WPI Acc No: 2002-457517/200249

XRAM Acc No: C02-130454

Recovery of ergosterol contained in plant or yeast, involves cooling water-insoluble organic solvent solution containing ergosterol and collecting aggregated crystal of ergosterol

Patent Assignee: KANEKA CORP (KANF )

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 2002080492	A	20020319	JP 2000265328	A	20000901	200249 B

Priority Applications (No Type Date): JP 2000265328 A 20000901

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 2002080492	A		3. C07J-009/00	

Abstract (Basic): JP 2002080492 A

NOVELTY - Ergosterol is recovered by cooling the water-insoluble

organic solvent solution containing ergosterol and collecting the aggregated crystal of ergosterol.

DETAILED DESCRIPTION - An INDEPENDENT CLAIM is also included for

ergosterol crystal having X-ray diffraction peak of 12, 14.7, 15.9, 18.9, 23 and 26.6 at diffraction angle of 2 theta.

USE - For recovering ergosterol contained in plant or yeast.

The

recovered ergosterol is used as precursor of vitamin D2.

ADVANTAGE - The method enables easy solid-liquid separation and recovery of ergosterol, industrially.

pp; 3 DwgNo 0/0

Technology Focus:

TECHNOLOGY FOCUS - ORGANIC CHEMISTRY - Preferred Solution: The water insoluble organic solvent solution containing ergosterol is obtained by extracting plant or yeast cell containing ergosterol with

water insoluble organic solvent. The organic solvent is exchanged with

other solvent after extraction.

Preferred Solvent: The water-insoluble organic solvent is hexane, heptane and/or octanes.

Preferred Conditions: Cooling rate is set to less than 1 degree C/minute.

Title Terms: RECOVER; ERGOSTEROL; CONTAIN; PLANT; YEAST; COOLING; WATER;

INSOLUBLE; ORGANIC; SOLVENT; SOLUTION; CONTAIN; ERGOSTEROL; COLLECT; AGGREGATE; CRYSTAL; ERGOSTEROL

Derwent Class: B01

International Patent Class (Main): C07J-009/00

File Segment: CPI

Manual Codes (CPI/A-N): B01-D02; B12-M11H

Chemical Fragment Codes (M5):

\*01\* M720 M904 M905 M910 N104 R032 R00147-K R00147-P

Derwent Registry Numbers: 0147-P; 0147-U

Specific Compound Numbers: R00147-K; R00147-P

Key Word Indexing Terms:

\*01\* 94395-1-0-0-CL, PRD

?

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-80492

(P2002-80492A)

(43) 公開日 平成14年3月19日 (2002.3.19)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

タームコード\* (参考)

C 0 7 J 9/00

C 0 7 J 9/00

4 C 0 9 1

審査請求 未請求 請求項の数6 OL (全 3 頁)

(21) 出願番号 特願2000-265328(P2000-265328)

(22) 出願日 平成12年9月1日(2000.9.1)

(71) 出願人 000000941

鍾淵化学工業株式会社

大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号

(72) 発明者 河内 秀夫

兵庫県加古川市尾上町旭3-41-503

Fターム(参考) 4C091 AA02 BB06 CC01 DD01 EE04

FF01 GG01 HH01 JJ03 KK01

LL01 MM03 NN01 PA02 PA05

PB05 QQ01 RR12

(54) 【発明の名称】 エルゴステロールの回収方法

(57) 【要約】

【課題】 エルゴステロールの結晶は通常微細な針状の結晶であり、晶析後の固液分離が困難であるため工業的な問題となっていた。

【解決手段】 エルゴステロールを非水溶性の有機溶媒中で冷却することにより、結晶粒径の大きな凝集結晶として回収することを特徴とするエルゴステロールの回収方法。エルゴステロールの固液分離を簡単におこなえるようにすることによって、工業的に有利なエルゴステロール回収プロセスを提供するものである。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 エルゴステロールを含有する非水溶性の有機溶媒溶液を冷却することにより、エルゴステロールを凝集結晶として回収することを特徴とするエルゴステロールの回収方法。

【請求項2】 エルゴステロールを含有する非水溶性の有機溶媒溶液が、エルゴステロールを含有する植物あるいは酵母菌細胞を非水溶性の有機溶媒を抽剤として用いた液、あるいは他の溶剤で抽出後非水溶性の有機溶媒に交換された液である請求項1記載の方法。

【請求項3】 非水溶性の有機溶媒がヘキサン、ヘプタン、オクタン、またはこれらの混合物である請求項1又は2記載の方法。

【請求項4】 凝集結晶が、粉末X線回折において回折角 ( $2\theta \pm 0.1$ )  $12.0$ 、 $14.7$ 、 $15.9$ 、 $18.9$ 、 $23.0$ 、および $26.6$ にピークを有する結晶であることを特徴とする請求項1記載の方法。

【請求項5】 冷却速度を $1.0^\circ\text{C}/\text{min}$ 以下とすることを特徴とする請求項1記載の方法。

【請求項6】 粉末X線回折において回折角 ( $2\theta \pm 0.1$ )  $12.0$ 、 $14.7$ 、 $15.9$ 、 $18.9$ 、 $23.0$ 、および $26.6$ にピークを有することを特徴とするエルゴステロール結晶。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はエルゴステロールの回収方法に関する。

##### 【0002】

【従来の技術】エルゴステロールは植物、または酵母菌に含有されるステロールの一種で、ビタミンD2の前駆体として有用な物質である。エルゴステロールの回収方法としては、植物または酵母菌より必要に応じて細胞破碎等の工程を経たのち有機溶剤を用いて抽出し、その抽出液より冷却晶析によって回収することが一般におこなわれている。例えば、特公昭53-25004号公報には、エルゴステロールをエチルアルコール-ベンゼン混合溶媒から晶析する方法が記載されている。しかし、このような晶析方法で得られるエルゴステロールの結晶は、通常微細な針状の結晶であるため晶析後の固液分離が困難であり、工業規模での生産において問題となっていた。

##### 【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明はエルゴステロールの結晶形に由来する固液分離が困難という課題に解決法を提供し、エルゴステロールの固液分離を簡単におこなえるようにすることによって、工業的に有利なエルゴステロール回収プロセスを提供するものである。

##### 【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者はエルゴステロールの晶析に関して研究をおこなった結果、通常の針状

結晶とは異なる形の結晶を得ることに成功し、この知見に基づいて本発明を完成するに至った。

【0005】すなわち本発明はエルゴステロールを非水溶性の有機溶媒中で冷却することにより、エルゴステロールを粒径の大きな凝集結晶として回収するものである。この凝集結晶は、粉末X線回折において回折角 ( $2\theta \pm 0.1$ )  $12.0$ 、 $14.7$ 、 $15.9$ 、 $18.9$ 、 $23.0$ 、および $26.6$ にピークを有することを特徴とする結晶である。通常得られる微細な針状結晶のX線回折では、回折角 $26.6$ のピークを有さず、また、 $16.1$ および $19.7$ にピークを有し、本願発明の結晶の回折パターンとは異なっている。

【0006】本発明の方法によれば、結晶の粒径は $100 \sim 500$ ミクロンまで大きくすることができ、これによって公知の固液分離技術を使用することでエルゴステロールを容易に回収することが可能である。

##### 【0007】

【発明の実施の形態】本発明の実施の形態を具体的に示す。本発明でいうところの凝集結晶は非水溶性有機溶媒中で冷却晶析することによって得ることができるため、植物あるいは酵母菌細胞抽出液が非水溶性の有機溶媒を抽剤として用いた液あるいは抽出後非水溶性の有機溶媒に交換された液を冷却晶析に供する。

【0008】非水溶性有機溶媒としてはヘキサン、ヘプタン、オクタン、またはこれらの混合物から選ばれてなる液が好ましく、特に好ましくはヘキサンである。晶析で得られる結晶形はアルコールや水分の存在に敏感であり、針状の結晶へと変化するため必要に応じてこれら成分を除去することが好ましい。

【0009】晶析装置については特に制限はなく、一般的な攪拌装置と冷却用ジャケット付きの槽で操作が可能である。

【0010】冷却速度、時間については、急激な冷却は核発生数の増大を招き、結晶径が小さくなることは晶析の研究者の間では周知の事実であり、本発明においても冷却速度を適切な範囲に抑えることが好ましい。本発明での好適な冷却速度は $1.0^\circ\text{C}/\text{min}$ 以下であり、特に好ましくは $0.1 \sim 0.5^\circ\text{C}/\text{min}$ である。

【0011】以上のような方法により、エルゴステロールを $100 \sim 500$ ミクロンという粒径の大きな凝集結晶として析出させることができ、公知の固液分離技術を使用することでエルゴステロールを容易に回収することが可能となる。

##### 【0012】

【実施例】以下、本発明について実施例に基づきさらに具体的に説明するが、本発明はこのような実施例によって何ら限定されるものではない。

【0013】(実施例1) 温度 $45^\circ\text{C}$ 、濃度 $2.8\text{ g/L}$ のエルゴステロール含有ヘキサン溶液を内容積 $500\text{ ml}$ のジャケット付き攪拌槽に仕込み、 $150\text{ rpm}$ で

攪拌しながら冷却速度 $0.2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ で $10^{\circ}\text{C}$ まで冷却した。冷却終了後、吸引ろ過装置にて固液分離をおこない、ろ紙に残った結晶をヘキサンにて洗浄後、真空乾燥した。ろ過性は良好であり、得られた結晶は粒径 $300$ ミクロン程度の凝集結晶であった。この結晶を下記の条件にて粉末X線回折分析を行った結果、回折角( $2\theta \pm 0.1$ )  $12.0$ 、 $14.7$ 、 $15.9$ 、 $18.9$ 、 $23.0$ 、および $26.6$ にピークを有する結晶であった。

X線回折測定条件

装置：理学電機(株) ガイガーフレックスRAD-rA

X線： $\text{Cu} \cdot \text{K}\alpha$ 線  $40\text{kV}$ 、 $100\text{mA}$

スリット： $\text{SS } 1.0^{\circ}$   $\text{DS } 1.0^{\circ}$   $\text{RS } 0.6^{\circ}$   
( $\text{SS}$ =スキャッタスリット、 $\text{DS}$ =ダイバージェンススリット、 $\text{RS}$ =レシーピングスリット)

角度域： $2\theta = 5 \sim 70^{\circ}$

サンプリング間隔： $0.02\text{sec}$

走査速度： $2^{\circ}/\text{min}$

【0014】(実施例2) 温度 $45^{\circ}\text{C}$ 、濃度 $2.6\text{g/L}$ のエルゴステロール含有ヘキサン溶液を実施例1と同じ装置に仕込み、冷却速度 $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ で $10^{\circ}\text{C}$ まで冷却した。冷却終了後実施例1と同様にして結晶を得た。ろ過性は良好であり、得られた結晶は粒径 $300$ ミ

クロン程度の凝集結晶であって、実施例1と同様のX線回折ピークを示した。

【0015】(比較例1) 温度 $45^{\circ}\text{C}$ 、濃度 $2.7\text{g/L}$ のエルゴステロール含有ヘキサン、イソプロパノール混合液を実施例1と同じ装置に仕込み、冷却速度 $0.2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ で $10^{\circ}\text{C}$ まで冷却した。冷却終了後実施例1と同様にして結晶を得た。ろ過性は非常に悪くなり、得られた結晶は太さ $0.5$ ミクロン程度、長さ $400 \sim 500$ ミクロン程度の針状結晶であった。この結晶は粉末X線回折において回折角( $2\theta \pm 0.1$ )  $12.0$ 、 $14.7$ 、 $16.1$ 、 $18.8$ 、 $19.7$ にピークを有し、 $26.6$ のピークを有しない結晶であった。

【0016】(比較例2) 温度 $45^{\circ}\text{C}$ 、濃度 $3.3\text{g/L}$ のエルゴステロール含有ヘキサン溶液と蒸留水約 $2\text{mL}$ を実施例1と同じ装置に仕込み、冷却速度 $0.1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ で $10^{\circ}\text{C}$ まで冷却した。冷却終了後実施例1と同様にして結晶を得た。ろ過性は非常に悪くなり、得られた結晶は太さ $0.5$ ミクロン程度、長さ $100$ ミクロン程度の針状結晶であり、比較例1と同様のX線回折ピークを示した。

【0017】

【発明の効果】エルゴステロールの固液分離を簡単におこなえるようにすることによって、工業的に有利なエルゴステロール回収プロセスを提供する。